

**(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)**

**(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle**  
Bureau international



**(43) Date de la publication internationale**  
**12 septembre 2002 (12.09.2002)**

**PCT**

**(10) Numéro de publication internationale**  
**WO 02/070427 A1**

**(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> :**  
**C04B 24/16**, 28/14, 28/10

**(74) Mandataires :** **POCHART, François** etc.; Cabinet Hirsch-Pochart, 34, rue de Bassano, F-75008 Paris (FR).

**(21) Numéro de la demande internationale :**  
**PCT/FR02/00786**

**(81) États désignés (national) :** AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

**(22) Date de dépôt international :** 5 mars 2002 (05.03.2002)

**(84) États désignés (régional) :** brevet ARIPO (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

**(25) Langue de dépôt :** français

**Publiée :**

— avec rapport de recherche internationale

**(26) Langue de publication :** français

*En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abréviations, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de la Gazette du PCT.*

**(30) Données relatives à la priorité :**  
01/03020 6 mars 2001 (06.03.2001) FR

**(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :** **LA-FARGE PLATRES [FR/FR]**; 500, rue Marcel Demonque, Zone du Pôle Technologique, AgroParc, F-84915 Avignon (FR).

**(72) Inventeurs; et**

**(75) Inventeurs/Déposants (pour US seulement) :** **MARTIN, Daniel** [FR/FR]; 2, place des Pavillons, F-69002 Lyon (FR). **GARCIN, Robert** [FR/FR]; 4, rue de la Halle, F-38080 L'Isle d'Abeau (FR).



---

**(54) Title:** METHOD FOR PRODUCING REDUCED-WEIGHT PLASTERBOARDS

**(54) Titre :** PROCEDE D'ALLEGEMENT DE PLAQUES DE PLATRE

**WO 02/070427 A1**

**(57) Abstract:** The invention relates to a method for producing plasterboards having a core density below 0.77, comprising the following steps: - forming a foam from water and a surface active agent consisting of at least one alkylsulfate having formula  $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$ , wherein n is a number between 6 and 16, M is a monovalent cation and the average number of carbon atoms  $n_m$  is between 9 and 10; and - introducing the foam obtained into a plasterboard. The inventive method is characterised in that the quantity of surface active agent introduced does not exceed 0.32g/l of plasterboard. The invention is suitable for producing reduced-weight plasterboards.

**(57) Abrégé :** Procédé de fabrication de plaques de plâtre présentant une densité de cœur inférieure à 0,77, comprenant les étapes de la formation d'une mousse à partir d'eau et d'un tensioactif consistant en au moins un alkylsulfate de formule  $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$ , dans laquelle n est un nombre entre 6 et 16, M est un cation monovalent, et le nombre moyen d'atomes de carbone  $n_m$  est de 9 à 10, et l'introduction de la mousse obtenue dans une pâte de plâtre, caractérisé en ce que la quantité de tensioactif introduit n'excède pas 0,32g/l de pâte de plâtre. Application à la fabrication de plaques de plâtre allégées.

PROCEDE D'ALLEGEMENT DE PLAQUES DE PLATRE

La présente invention concerne un procédé pour la  
5 fabrication de plaques de plâtre allégées.

Une plaque de plâtre est un élément parallélépipédique préfabriqué en plâtre (sulfate de calcium dihydraté) recouvert par un carton ou un papier ou encore des fibres minérales sur chacune de ses faces. Le composite ainsi formé présente de  
10 bonnes propriétés mécaniques, les feuilles sur les faces servant à la fois d'armature et de parement.

L'âme de plâtre est obtenue à partir d'une pâte de plâtre formée principalement par mélange de sulfate de calcium hydratable et d'eau, additionnée le cas échéant d'adjuvants  
15 habituels. Par « sulfate de calcium hydratable », il faut entendre, dans le présent exposé, un sulfate de calcium anhydre (anhydrite II ou III) ou un sulfate de calcium semi-hydraté ( $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$ ) sous sa forme cristalline  $\alpha$  ou  $\beta$ . De tels composés sont bien connus de l'homme du métier et sont  
20 généralement obtenus par cuisson d'un gypse.

La pâte durcit rapidement par hydratation du plâtre. Ensuite, les plaques sont chauffées dans des séchoirs afin d'éliminer l'excès d'eau.

L'allègement des plaques de plâtre, outre leur résistance  
25 mécanique, constitue un enjeu capital. Afin d'alléger la plaque de plâtre, il est courant d'introduire de l'air dans la pâte en ajoutant une mousse à la pâte de plâtre.

La réduction de la densité des plaques de plâtres est recherchée pour son double intérêt économique : D'une part,  
30 elle permet d'alléger le produit et de faciliter ainsi son transport, et d'autre part, elle permet de surmonter la limitation de la cadence de production par la diminution de la demande en plâtre. En effet, la calcination du gypse exige du temps et il est possible que cette étape soit un élément limitant la vitesse de la ligne de production. La diminution  
35 de la demande en plâtre permet en outre de réduire les coûts de production liés à la cuisson. Ainsi, la réduction de la

densité des plaques de plâtre permet de diminuer les coûts de transport, d'augmenter la vitesse de ligne et en même temps de diminuer les coûts de production.

Différentes compositions de tensioactifs pour alléger les plaques de plâtre sont connues. Souvent, ces compositions contiennent des alkyléthersulfates.

Ainsi est décrite une composition de tensioactifs à base d'alkylsulfates et d'alkyléthersulfates dans WO9516515. Dans cette composition, le ratio entre alkylsulfates et alkyldi- ou triéthersulfates est d'au moins 12 : 1, de préférence entre 30 :1 et 60 :1. Les alkylsulfates seuls sont indésirables. En effet, une plaque de plâtre obtenue avec un alkylsulfate seul présente un allègement très médiocre.

Le document US 5,643,510 décrit l'utilisation d'un mélange d'alkylsulfates et d'alkyléthersulfates afin de contrôler la taille des bulles d'air dans les plaques de plâtre. Le document indique que les alkylsulfates, formant des mousse instables, ne sont pas utilisés seuls car l'obtention d'une plaque d'une densité donnée nécessiterait une consommation environ 3 fois supérieure à celle d'un tensioactif comprenant un alkyléthersulfate. Le tensioactif préférentiel est donc un mélange contenant environ 10% d'alkyléthersulfate.

Cependant, l'utilisation d'alkylsulfates au lieu d'un alkyléthersulfate comme tensioactif présente certains avantages. En effet, alors que l'alkylsulfate peut être obtenu par sulfatation directe de l'alcool gras correspondant, il faut passer par une étape d'éthoxylation pour obtenir l'alkyléthersulfate. Cette étape est non seulement coûteuse mais peut conduire en outre à la formation de produits secondaires indésirables.

Le problème que se propose de résoudre l'invention consiste alors à proposer un procédé de fabrication de plaques de plâtre allégées peu coûteux utilisant un tensioactif qui soit peu onéreux et facilement disponible.

En règle générale, la qualité d'un tensioactif est évaluée par rapport au volume de mousse qu'il permet d'obtenir. En effet, pour l'obtention d'un volume donné de mousse, il paraît

logique que l'on consommera davantage d'un tensioactif à faible pouvoir moussant. Cela a des incidences économiques sur le prix de revient de la plaque de plâtre.

Cependant, la stabilité de la mousse avant son introduction dans la pâte de plâtre puis dans celle-ci constitue également un facteur non négligeable. Ainsi, à volume égal, une mousse peu stable conduira à une plaque de plâtre moins allégée qu'une mousse stable. Selon US 5,643,510, les alkylsulfates forment des mousses peu stables dans la pâte de plâtre.

Il est par ailleurs clair que la plaque de plâtre doit, même allégée, présenter par ailleurs des caractéristiques comparables aux plaques non allégées, tel qu'au niveau de la résistance mécanique. La qualité de la liaison entre la pâte de plâtre et les faces de la plaque, en ambiance sèche comme humide, constitue également une exigence de qualité qu'il s'agit de satisfaire.

L'invention repose sur la constatation que si certaines compositions d'alkylsulfates, présentent en général une légère surconsommation par rapport aux mélanges avec des alkyléthersulfates, elles permettent l'obtention de plaques de plâtre présentant un allègement considérable. En vue d'un tel allègement, le surcoût économique éventuel est largement compensé. En effet, l'économie générée par l'allègement peut représenter jusqu'à 7 fois le surcoût lié à la consommation supplémentaire en tensioactif. Le bilan reste donc globalement très positif.

Les plaques de plâtre ainsi allégées présentent en outre des caractéristiques de résistance mécanique et de liaison avec les faces externes parfaitement acceptables.

Cet effet surprenant semble lié à une interaction entre le tensioactif, la mousse, et la pâte de plâtre.

En effet, si le pouvoir moussant de ces alkylsulfates est souvent moins élevé comparé aux tensioactifs habituels comprenant des alkyléthersulfates, il s'avère que certains d'entre eux permettent l'obtention de mousses compatibles avec la pâte de plâtre. Par ailleurs, contrairement à l'enseignement de l'art antérieur, il a été trouvé que la

surconsommation est très modérée et peut même dans certains cas être nulle.

Il semble que cet effet est au moins partiellement dû à une très bonne compatibilité entre la pâte de plâtre et la mousse, fonction de leurs viscosités respectives. Plus particulièrement, il apparaît que la fluidité des deux phases peut être réglée de manière à ce que le mélange se fasse sans perte excessive de volume de mousse Ainsi, l'efficacité de la mousse générée par le tensioactif est améliorée.

Il semble donc que la consommation en tensioactif ainsi que sa capacité d'allégement ne soient pas uniquement fonction du pouvoir moussant de celui-ci mais également dépendant du jeu complexe des autres paramètres du procédé. Il a lieu de penser qu'en particulier les caractéristiques physico-chimiques de la pâte de plâtre, et notamment sa fluidité, ont une influence sur l'effet d'allègement obtenu.

L'invention a donc pour objet un procédé de fabrication de plaques de plâtre présentant une densité de cœur inférieure à 0,77, et comprenant les étapes de :

- 20 - formation d'une mousse à partir d'eau et d'un tensioactif consistant en au moins un alkylsulfate de formule  $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$ , dans laquelle n est un nombre entre 6 et 16, M est un cation monovalent, et le nombre moyen d'atomes de carbone  $n_m$  est de 9 à 10, et
- 25 - introduction de la mousse obtenue dans une pâte de plâtre,

caractérisé en ce que la quantité de tensioactif introduit n'excède pas 0,32g/l de pâte de plâtre.

On entend par « densité » le rapport de la masse d'un volume donné de pâte de plâtre à la masse de ce volume en eau. Par densité de cœur, on entend la densité de la plaque de plâtre à l'exclusion du matériau recouvrant les faces.

De préférence, la consommation en tensioactif est inférieure à 0,24g/l et en particulier inférieure à 0,16g/l de pâte de plâtre. En général, la consommation est supérieure à 0,05g/l de pâte de plâtre pour les plaques d'épaisseur 12,5 mm, et 0,02g/l pour les plaques d'épaisseur 6 mm.

La plaque de plâtre produite présente de préférence une résistance à la compression supérieure à 2 MPa, et en particulier supérieure à 3 MPa.

Selon un mode de réalisation préféré, le tensioactif comprend 5 à 60% en poids de dodécylsulfate.

Selon un mode de réalisation préféré, le tensioactif comprend 40 à 95% en poids de décylsulfate. Selon un autre mode de réalisation préféré, le tensioactif comprend 5 à 60 % en poids d'octylsulfate. Le tensioactif particulièrement préféré comprend 5 à 15% en poids d'octylsulfate de sodium et 85 à 95% en poids de décylsulfate de sodium.

Le tensioactif particulièrement préféré présente un nombre de carbones moyen entre 9,5 et 10, de préférence de 9,7 à 9,9.

De préférence, M est choisi parmi le sodium, le potassium, le magnésium et l'ammonium.

Selon un mode de réalisation, le tensioactif comprend en outre un séquestrant et/ou un hydrotrophe.

L'invention porte également sur l'utilisation d'un tensioactif pour alléger les plaques de plâtre, consistant en au moins un alkylsulfate de formule  $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$ , dans laquelle n est un nombre entre 6 et 16, M est un cation monovalent, et le nombre moyen d'atomes de carbone  $n_m$  est de 9 à 10, la quantité utilisée étant inférieure à 0,32g/l de pâte de plâtre.

De préférence, ledit tensioactif est utilisé pour l'obtention de plaques de plâtre présentant une densité de cœur inférieure à 0,77, en particulier inférieure à 0,74 et tout particulièrement inférieure à 0,72. La densité du cœur est cependant généralement supérieure à 0,48.

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention vont maintenant être décrits en détail dans l'exposé qui suit.

La composition de plâtre comprend du plâtre, de l'eau et une composition de tensioactifs. Elle peut par ailleurs contenir d'autres additifs tels qu'utilisés habituellement.

De plus, la mousse formée par la composition de tensioactifs visée permet d'obtenir des allègements comparables pour des plaques de plâtre réalisées avec

différents types de gypse. Ainsi, la composition de tensioactifs est avantageuse en ce qu'elle est peu sensible à la qualité de gypse mise en œuvre.

Par ailleurs, les caractéristiques de la mousse formée par la composition de tensioactifs sont peu sensibles à la température. Ainsi, lorsque la température de l'eau varie, le volume de mousse généré reste sensiblement constant.

En outre, il s'est avéré que la qualité de liaison entre le plâtre et la feuille externe des plaques de plâtre est remarquable.

Les caractéristiques mécaniques des plaques de plâtre sont habituellement évaluées par la résistance en flexion du cœur, la dureté du cœur, la dureté à la bille et la résistance en compression de la plaque de plâtre. D'une grande importance pratique est également la résistance qu'oppose la plaque de plâtre à l'enfoncement d'une tête de clou de  $\frac{1}{4}$  de pouce, ce qu'il est convenu d'appeler le « nail pull test » ou résistance au poinçonnement. Les conditions de ce test sont décrites dans la norme ASTM C473-méthode B.

Par ailleurs, il s'avère que les plaques de plâtre obtenues montrent une bonne liaison entre le plâtre et la feuille externe.

Une composition de tensioactifs appropriée pour la mise en œuvre du procédé est par exemple un mélange d'alkylsulfates en C<sub>8</sub> et C<sub>10</sub> telle que le Emal A10 DE commercialisé par KAO CORPORATION SA. Il est cependant également possible de procéder à un mélange à partir d'autres alkylsulfates ou de mélanges d'alkylsulfates pour aboutir à une composition ayant un nombre de carbone moyen de 9 à 10.

Les alkylsulfates répondant à la formule H(CH<sub>2</sub>)<sub>n</sub>-OSO<sub>3</sub>M sont en général obtenus par sulfatation des alcools correspondants. En principe, n est le plus souvent un nombre pair en raison de la meilleure disponibilité de ces alcools. Cependant, les alkylsulfates avec n impair peuvent également être utilisés dans le cadre de l'invention.

De préférence, la chaîne des alkylsulfates entrant dans la composition comprend de 8 à 12 atomes de carbone.

La composition de tensioactifs peut en outre renfermer un hydrotrophe. De tels hydrotropes sont par exemple le méthanol, éthanol, isopropanol, éthylène glycol, propylène glycol, polyéthylène glycol et polypropylène glycol ainsi que des 5 monoalkyléthers d'éthylène glycol, les alkyl polyglycosides et leurs mélanges.

Avantageusement, la composition peut comprendre un agent séquestrant ou chélatant, qui permet de maintenir en solution les ions de magnésium ou de calcium en particulier dans l'eau 10 dure. De tels agents séquestrants ou chélatants sont par exemple les acides hydroxycarboxyliques et leurs sels, les aldoses et cétoles, les complexants minéraux, plus particulièrement les phosphates, les borates et les polyphosphates, les complexants organiques choisis plus 15 particulièrement dans le groupe comprenant l'EDTA, Le NTA etc. et les dérivés de l'acide phosphorique de structure polymère qui contiennent des groupes hydroxy et/ou amine et/ou carboxylates.

La mousse obtenue permet d'introduire dans la plaque de 20 plâtre de 0,01 à 0,04% en poids de tensioactif (exprimé en sec) par rapport au poids de la plaque. Elle représente un volume compris entre 20 et 40% de celui de la plaque de plâtre.

La pâte de plâtre moussée peut avantageusement contenir par 25 ailleurs des adjuvants utilisés habituellement tels que des fluidifiants, accélérateurs, amidon etc.

L'invention sera mieux comprise au regard des exemples qui suivent, qui sont donnés à titre illustratif et non limitatif.

30 EXEMPLES

Exemple 1

On prépare des miniplaques de 0,1m<sup>2</sup> ayant une épaisseur de 12,5 mm à partir de plâtre de St. Loubès, qui est un plâtre obtenu par cuisson flash d'un gypse naturel ayant les 35 caractéristiques suivantes :

- teneur en gypse : 68,8%
- anhydrite : 0,90%

- magnésie	: 3,70%
- dolomite	: 8,80%
- talc	: 0,80%
- phlogopite	: 1,10%
5 - microline	: 3,80%
- quartz	: 9,50%
- celestine	: 0,60%
- clinochlore	: 2,00%.

Ces plaques sont préparées de la manière suivante : On prépare une mousse par agitation pendant 1 minute dans un générateur de mousse du type Hamilton Beach réglé à une tension de 55 Volts d'un mélange de 5.25 ml d'une solution à 50g/l d'une composition constituée par des alkylsulfates de sodium contenant 47% en poids en C<sub>8</sub> et 53% en poids en C<sub>10</sub>, le nombre moyen de carbone n<sub>m</sub>, en tenant compte des masses molaires des constituants, étant de 9 avec 170 ml d'eau à 22°C. La mousse est ensuite introduite dans un mélange de 700g d'eau à une température de 50°C et de 1130g de plâtre à une température de 22°C. La pâte de plâtre est déposée entre deux feuilles de carton. L'excédent après remplissage est éliminé. La miniplaque est ensuite séchée dans une étuve à une température croissant régulièrement de 100°C à 200°C en 15 min, puis décroissant régulièrement de 200°C à 90°C en 25 min.

#### 25 Exemple 2

Des plaques de plâtre sont fabriquées selon l'exemple 1, mais en remplaçant la composition de tensioactifs par la même quantité d'un tensioactif contenant 25% en poids d'alkylsulfate en C<sub>8</sub> et 75% en poids d'alkylsulfate en C<sub>10</sub>. Le nombre moyen 30 d'atomes de carbone n<sub>m</sub> dans la composition est de 9,5.

#### Exemple 3

Des plaques de plâtre sont fabriquées selon l'exemple 1, mais en remplaçant la composition de tensioactifs par la même 35 quantité d'un tensioactif contenant 11% en poids d'alkylsulfate en C<sub>8</sub> et 89% en poids d'alkylsulfate en C<sub>10</sub>. Le nombre moyen d'atomes de carbone n<sub>m</sub> dans la composition est de 9,8.

Exemple 4

Des plaques de plâtre sont fabriquées selon l'exemple 1, mais en remplaçant la composition de tensioactifs par la même quantité d'un tensioactif contenant 33,3% en poids 5 d'alkylsulfate en C<sub>8</sub>, 58,4% en poids d'alkylsulfate en C<sub>10</sub> et 8,3% en poids d'alkylsulfate en C<sub>12</sub>. Le nombre moyen d'atomes de carbone n<sub>m</sub> dans la composition est de 9,5.

Exemple 5

10 Des plaques de plâtre sont fabriquées selon l'exemple 1, mais en remplaçant la composition de tensioactifs par la même quantité d'un tensioactif contenant 75% en poids d'alkylsulfate en C<sub>8</sub> et 25% en poids d'alkylsulfate en C<sub>10</sub>. Le nombre moyen d'atomes de carbone n<sub>m</sub> dans la composition est de 8,5.

15

Exemple 6

Des plaques de plâtre sont fabriquées selon l'exemple 1, mais en remplaçant la composition de tensioactifs par la même quantité d'un tensioactif contenant un alkylsulfate (AS) et un 20 alkyléthersulfate (AES). Ce tensioactif est vendu par la société STEPAN sous la dénomination Alphafoamer.

Les plaques réalisées selon les exemples, une fois séchées à poids constant en accord avec la norme française NF P 72-25 302, sont pesées et on détermine leurs densités de cœur. Les résultats sont consignés dans le tableau 1 ci-dessous.

Tableau 1

Exemple	n <sub>m</sub>	Volume de mousse [ml]	Densité de la plaque
1	9,0	688	0,728
2	9,5	688	0,712
3	9,8	695	0,692
4	9,5	700	0,698
5*	8,5	680	0,771
6*	AS+AES	750	0,700

30

\* Exemples de comparaison

Les compositions selon l'invention permettent sans surconsommation excessive par rapport aux mélanges d'alkylsulfates et d'alkyléthersulfates d'obtenir des 5 allègements comparables. L'exemple 3 illustre une composition de tensioactifs utilisée de façon préférentielle.

Pour évaluer les propriétés mécaniques des plaques, on mesure la résistance à la compression à partir d'un échantillon de 5x5 cm<sup>2</sup> prélevé sur la plaque. La dureté bille 10 et la charge à rupture du cœur (essai de flexion à trois points) sont mesurées selon la norme NF P 72-302.

La dureté du cœur et la résistance au poinçonnement (nail pull test) sont mesurés selon la norme ASTM C473 méthode B.

Les résultats obtenus mettent en évidence qu'avec une 15 composition de tensioactifs selon l'art antérieur (exemple 6), lorsque l'on a une densité de cœur équivalente, les performances mécaniques obtenues sont inférieures à celles que l'on atteint grâce au procédé selon l'invention.

Les performances obtenues avec la composition selon 20 l'exemple 5 correspondent à des plaques ayant une densité de cœur plus élevée.

Ainsi, à performance mécanique suffisante, la réalisation préférentielle correspond à celle qui conduit à l'allègement maximum. Les résultats de ces mesures sont consignés dans le 25 tableau 2 ci-dessous.

Tableau 2

Exemple	Quantité Tensioactif Utilisée (g/l)	Contrainte en compression [MPa]	Dureté Bille [mm]	Dureté cœur [DaN]	Nail pull [DaN]
1	0,139	3,72	18,70	9,60	37
2	0,139	3,63	19,90	11,40	38
3	0,136	3,46	18,65	9,55	34,8
4	0,138	3,52	18,78	10,25	35,9
5*	0,152	4,52	17,30	14,00	42
6*	0,134	2,59	19,8	7,6	32,6

\* exemples de comparaison

11

Par ailleurs, les plaques de plâtre préparées ont été caractérisées par la mesure de la liaison entre le carton et le cœur. La mesure consiste à arracher le carton et à évaluer le pourcentage de décollement du carton du cœur. Le test de liaison sèche est fait sur une plaque sèche. Le test de liaison humide après 2 heures est fait après réhumidification pendant 2 heures à 30°C en atmosphère contrôlée à 90% d'humidité. Les résultats sont portés dans le tableau 3 ci-dessous.

10

Tableau 3

Exemple	Liaison sèche (% décollement)	Liaison humide après 2 heures (% décollement)
1	0	6
2	0	4
3	0	4
4	0	5
5*	0	7
6*	3	30

\*exemples de comparaison

15 Les résultats mettent en évidence la supériorité des compositions selon l'invention au niveau de la liaison tant sèche qu'humide après 2 heures, notamment vis-à-vis de tensioactifs contenant des alkyléthersulfates.

REVENDICATIONS

1.- Procédé de fabrication de plaques de plâtre présentant une densité de cœur inférieure à 0,77 comprenant les étapes de :

5 - formation d'une mousse à partir d'eau et d'un tensioactif consistant en au moins un alkylsulfate de formule  $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$ , dans laquelle n est un nombre entre 6 et 16, M est un cation monovalent, et le nombre moyen d'atomes de carbone  $n_m$  est de 9 à 10 ; et

10 - introduction de la mousse obtenue dans une pâte de plâtre,

caractérisé en ce que la quantité de tensioactif introduit n'excède pas 0,32g/litre de pâte de plâtre.

15 2.- Procédé selon la revendication 1, dans lequel la consommation en tensioactif est inférieure à 0,24 g/l de pâte de plâtre.

20 3.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel la plaque de plâtre produite présente une résistance à la compression supérieure à 2 MPa.

25 4.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend 5 à 60% en poids de dodécylsulfate.

5.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend 40 à 95% en poids de décylsulfate.

30 6.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend 5 à 60 % en poids d'octylsulfate.

35 7.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel M est choisi parmi le sodium, le potassium, le magnésium et l'ammonium.

8.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend 5 à 25% en poids d'octylsulfate de sodium et 75 à 95% en poids de décylsulfate de sodium.

9.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend 5 à 15% en poids d'octylsulfate de sodium et 85 à 95% en poids de décylsulfate de sodium.

10.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend en outre un séquestrant.

11.- Procédé selon l'une des revendications précédentes, dans lequel le tensioactif comprend en outre un hydrotrophe.

12.- Utilisation d'un tensioactif pour alléger les plaques de plâtre, consistant en au moins un alkylsulfate de formule  $H(CH_2)_nOSO_3^-M^+$ , dans laquelle n est un nombre entre 6 et 16, M est un cation monovalent, et le nombre moyen d'atomes de carbone  $n_m$  est de 9 à 10, la quantité utilisée étant inférieure à 0,32g/l de pâte de plâtre.

13.- Utilisation selon la revendication précédente, dans laquelle la plaque de plâtre présente une densité de cœur inférieure à 0,77.

# INTERNATIONAL SEARCH REPORT

I      tional Application No

PCT/FR 02/00786

**A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER**  
 IPC 7    C04B24/16    C04B28/14    C04B28/10

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

**B. FIELDS SEARCHED**

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)  
 IPC 7    C04B

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

**C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US 5 643 510 A (S.W. SUCECH) 1 July 1997 (1997-07-01) cited in the application claims ---	1,12
A	WO 99 08978 A (UNITED STATES GYPSUM COMPANY) 25 February 1999 (1999-02-25) page 14, line 19 -page 15, line 16; claims ---	1,12
A	US 5 714 001 A (A. SAVOLY ET AL.) 3 February 1998 (1998-02-03) column 2, line 21 -column 3, line 23; claims ---	1,12
A	WO 00 06518 A (UNITED STATES GYPSUM COMPANY) 10 February 2000 (2000-02-10) page 20, line 18 -page 21, line 13; claims ---	1,12
	-/-	

Further documents are listed in the continuation of box C.

Patent family members are listed in annex.

° Special categories of cited documents :

- \*A\* document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- \*E\* earlier document but published on or after the international filing date
- \*L\* document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- \*O\* document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- \*P\* document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- \*T\* later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- \*X\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- \*Y\* document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art.
- \*&\* document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

5 June 2002

Date of mailing of the international search report

13/06/2002

Name and mailing address of the ISA  
 European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2  
 NL - 2280 HV Rijswijk  
 Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl,  
 Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Schut, R

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

International Application No

PCT/FR 02/00786

**C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT**

Category °	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	WO 95 16515 A (HENKEL CORPORATION) 22 June 1995 (1995-06-22) cited in the application claims ----	1,12
A	US 5 240 639 A (R. DIEZ ET AL.) 31 August 1993 (1993-08-31) column 9, line 3 - line 48 column 4, line 1 - line 4; claims ----	1,12

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 02/00786

Patent document cited in search report		Publication date		Patent family member(s)		Publication date
US 5643510	A	01-07-1997	CA	2158820 A1		24-03-1996
WO 9908978	A	25-02-1999	AU	8674798 A		08-03-1999
			AU	9110598 A		08-03-1999
			BR	9806094 A		24-08-1999
			CN	1237148 T		01-12-1999
			EP	0939748 A1		08-09-1999
			JP	2001504795 T		10-04-2001
			NO	991885 A		17-06-1999
			NZ	334916 A		29-09-2000
			PL	332857 A1		25-10-1999
			SK	42399 A3		14-02-2000
			TR	9900878 T1		22-11-1999
			WO	9908978 A1		25-02-1999
			WO	9908979 A1		25-02-1999
			US	6342284 B1		29-01-2002
			US	2002045074 A1		18-04-2002
US 5714001	A	03-02-1998	AU	683527 B2		13-11-1997
			AU	1397195 A		03-07-1995
			CA	2178755 A1		22-06-1995
			EP	0738183 A1		23-10-1996
			WO	9516515 A1		22-06-1995
WO 0006518	A	10-02-2000	US	6342284 B1		29-01-2002
			AU	3285699 A		21-02-2000
			AU	8674798 A		08-03-1999
			BR	9912625 A		29-01-2002
			CN	1318039 T		17-10-2001
			CZ	20010367 A3		13-03-2002
			EP	1114005 A1		11-07-2001
			NO	20010518 A		27-03-2001
			PL	346119 A1		28-01-2002
			SK	1512001 A3		08-10-2001
			TR	200100317 T2		21-05-2001
			WO	0006518 A1		10-02-2000
			US	2002045074 A1		18-04-2002
			AU	9110598 A		08-03-1999
			BR	9806094 A		24-08-1999
			EP	0939748 A1		08-09-1999
			JP	2001504795 T		10-04-2001
			NO	991885 A		17-06-1999
			PL	332857 A1		25-10-1999
			SK	42399 A3		14-02-2000
WO 9516515	A	22-06-1995	AU	683527 B2		13-11-1997
			AU	1397195 A		03-07-1995
			CA	2178755 A1		22-06-1995
			EP	0738183 A1		23-10-1996
			WO	9516515 A1		22-06-1995
			US	5714001 A		03-02-1998
US 5240639	A	31-08-1993	US	5466393 A		14-11-1995
			AT	96693 T		15-11-1993
			AU	619268 B2		23-01-1992
			AU	3250689 A		26-04-1990
			DE	68910366 D1		09-12-1993
			DE	68910366 T2		19-05-1994

**INTERNATIONAL SEARCH REPORT**

Information on patent family members

International Application No

PCT/FR 02/00786

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)		Publication date
US 5240639	A	EP	0336749 A2	11-10-1989
		ES	2061980 T3	16-12-1994
		JP	2038381 A	07-02-1990
		JP	2801258 B2	21-09-1998
		CA	1337435 A1	24-10-1995

# RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

C de Internationale No  
PCI / FR 02/00786

A. CLASSEMENT DE L'OBJET DE LA DEMANDE  
CIB 7 C04B24/16 C04B28/14 C04B28/10

Selon la classification internationale des brevets (CIB) ou à la fois selon la classification nationale et la CIB

## B. DOMAINES SUR LESQUELS LA RECHERCHE A PORTE

Documentation minimale consultée (système de classification suivi des symboles de classement)

CIB 7 C04B

Documentation consultée autre que la documentation minimale dans la mesure où ces documents relèvent des domaines sur lesquels a porté la recherche

Base de données électronique consultée au cours de la recherche internationale (nom de la base de données, et si réalisable, termes de recherche utilisés)

## C. DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie °	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	US 5 643 510 A (S.W. SUCECH) 1 juillet 1997 (1997-07-01) cité dans la demande revendications ---	1,12
A	WO 99 08978 A (UNITED STATES GYPSUM COMPANY) 25 février 1999 (1999-02-25) page 14, ligne 19 -page 15, ligne 16; revendications ---	1,12
A	US 5 714 001 A (A. SAVOLY ET AL.) 3 février 1998 (1998-02-03) colonne 2, ligne 21 -colonne 3, ligne 23; revendications ---	1,12

Voir la suite du cadre C pour la fin de la liste des documents

Les documents de familles de brevets sont indiqués en annexe

° Catégories spéciales de documents cités:

- "A" document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- "E" document antérieur, mais publié à la date de dépôt international ou après cette date
- "L" document pouvant jeter un doute sur une revendication de priorité ou cité pour déterminer la date de publication d'une autre citation ou pour une raison spéciale (telle qu'indiquée)
- "O" document se référant à une divulgation orale, à un usage, à une exposition ou tous autres moyens
- "P" document publié avant la date de dépôt international, mais postérieurement à la date de priorité revendiquée

- "T" document ultérieur publié après la date de dépôt international ou la date de priorité et n'appartenant pas à l'état de la technique pertinent, mais cité pour comprendre le principe ou la théorie constituant la base de l'invention
- "X" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- "Y" document particulièrement pertinent; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- "&" document qui fait partie de la même famille de brevets

Date à laquelle la recherche internationale a été effectivement achevée  5 juin 2002	Date d'expédition du présent rapport de recherche internationale  13/06/2002
Nom et adresse postale de l'administration chargée de la recherche internationale Office Européen des Brevets, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl. Fax: (+31-70) 340-3016	Fonctionnaire autorisé  Schut, R

## RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE

I de Internationale No

PCT/FR 02/00786

## C.(suite) DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS

Catégorie	Identification des documents cités, avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	no. des revendications visées
A	WO 00 06518 A (UNITED STATES GYPSUM COMPANY) 10 février 2000 (2000-02-10) page 20, ligne 18 -page 21, ligne 13; revendications ---	1,12
A	WO 95 16515 A (HENKEL CORPORATION) 22 juin 1995 (1995-06-22) cité dans la demande revendications ---	1,12
A	US 5 240 639 A (R. DIEZ ET AL.) 31 août 1993 (1993-08-31) colonne 9, ligne 3 - ligne 48 colonne 4, ligne 1 - ligne 4; revendications -----	1,12

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements relat

membres de familles de brevets

I - de Internationale No

PCT/FR 02/00786

Document brevet cité au rapport de recherche		Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
US 5643510	A	01-07-1997	CA	2158820 A1	24-03-1996
WO 9908978	A	25-02-1999	AU	8674798 A	08-03-1999
			AU	9110598 A	08-03-1999
			BR	9806094 A	24-08-1999
			CN	1237148 T	01-12-1999
			EP	0939748 A1	08-09-1999
			JP	2001504795 T	10-04-2001
			NO	991885 A	17-06-1999
			NZ	334916 A	29-09-2000
			PL	332857 A1	25-10-1999
			SK	42399 A3	14-02-2000
			TR	9900878 T1	22-11-1999
			WO	9908978 A1	25-02-1999
			WO	9908979 A1	25-02-1999
			US	6342284 B1	29-01-2002
			US	2002045074 A1	18-04-2002
US 5714001	A	03-02-1998	AU	683527 B2	13-11-1997
			AU	1397195 A	03-07-1995
			CA	2178755 A1	22-06-1995
			EP	0738183 A1	23-10-1996
			WO	9516515 A1	22-06-1995
WO 0006518	A	10-02-2000	US	6342284 B1	29-01-2002
			AU	3285699 A	21-02-2000
			AU	8674798 A	08-03-1999
			BR	9912625 A	29-01-2002
			CN	1318039 T	17-10-2001
			CZ	20010367 A3	13-03-2002
			EP	1114005 A1	11-07-2001
			NO	20010518 A	27-03-2001
			PL	346119 A1	28-01-2002
			SK	1512001 A3	08-10-2001
			TR	200100317 T2	21-05-2001
			WO	0006518 A1	10-02-2000
			US	2002045074 A1	18-04-2002
			AU	9110598 A	08-03-1999
			BR	9806094 A	24-08-1999
			EP	0939748 A1	08-09-1999
			JP	2001504795 T	10-04-2001
			NO	991885 A	17-06-1999
			PL	332857 A1	25-10-1999
			SK	42399 A3	14-02-2000
WO 9516515	A	22-06-1995	AU	683527 B2	13-11-1997
			AU	1397195 A	03-07-1995
			CA	2178755 A1	22-06-1995
			EP	0738183 A1	23-10-1996
			WO	9516515 A1	22-06-1995
			US	5714001 A	03-02-1998
US 5240639	A	31-08-1993	US	5466393 A	14-11-1995
			AT	96693 T	15-11-1993
			AU	619268 B2	23-01-1992
			AU	3250689 A	26-04-1990
			DE	68910366 D1	09-12-1993
			DE	68910366 T2	19-05-1994

**RAPPORT DE RECHERCHE INTERNATIONALE**

Renseignements rela

membres de familles de brevets

D → Internationale No

PCT/FR 02/00786

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)		Date de publication
US 5240639	A	EP	0336749 A2	11-10-1989
		ES	2061980 T3	16-12-1994
		JP	2038381 A	07-02-1990
		JP	2801258 B2	21-09-1998
		CA	1337435 A1	24-10-1995